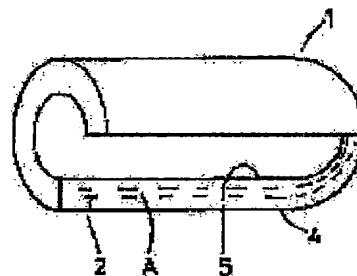


(11)Publication number : 05-070808
(43)Date of publication of application : 23.03.1993

(21)Application number : **03-262712** (71)Applicant : **NIPPON SEISEN CO LTD**
(22)Date of filing : **13.09.1991** (72)Inventor : **ISHIBE HIDEOMI**
MATSUOKA MASATOSHI
IWAMOTO HIROSHI

CONSTITUTION: A material contg. a fine metal powder contg. at least metallic short fibers 2 and a binder to be removed later is injection-molded to obtain a preform. The preform is then sintered to liberate the binder and to diffusion-bond the fine powders. Two or more kinds of metallic short fibers having 0.5–20 μ m diameter and 2–20 aspect ratio are used as the metallic short fibers 2.



[Date of request for examination]
[Date of sending the examiner's decision of rejection]
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]
[Date of final disposal for application]
[Patent number]
[Date of registration]
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-70808

(43)公開日 平成5年(1993)3月23日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 2 F 5/00	1 0 1 C	7803-4K		
B 0 1 D 39/20	A	9263-4D		
B 2 2 F 3/02	M	7803-4K		
C 2 2 C 1/08	F	8928-4K		
1/09	B	8928-4K		

審査請求 未請求 請求項の数4(全 6 頁)

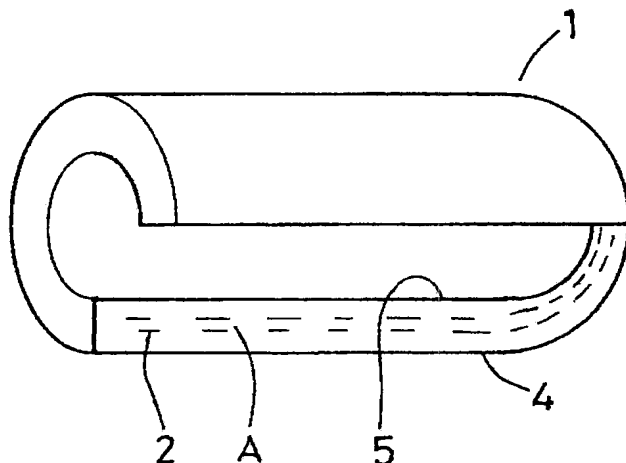
(21)出願番号	特願平3-262712	(71)出願人	000231556 日本精線株式会社 大阪府中央区高麗橋4丁目2番7号
(22)出願日	平成3年(1991)9月13日	(72)発明者	石部 英臣 大阪府枚方市池之宮4丁目17番1号 日本 精線株式会社枚方工場内
		(72)発明者	松岡 正敏 大阪府枚方市池之宮4丁目17番1号 日本 精線株式会社枚方工場内
		(72)発明者	岩本 博 大阪府枚方市池之宮4丁目17番1号 日本 精線株式会社枚方工場内
		(74)代理人	弁理士 苗村 正

(54)【発明の名称】 金属フィルター部材の製造方法

(57)【要約】

【目的】金属短繊維を含む金属微細粉の焼結体からなり、液体、気体から不純物を効果的に除去するのに使用しうる金属フィルター部材を製造する。

【構成】金属短繊維を少なくとも含む金属微細粉と、後には除去される結合材とを含む材料を射出成型することによって予備成型品を得る段階と、該予備成型品に含有された前記結合材を消失させるとともに前記金属微細粉を拡散接合によって結合する焼結段階とを少なくとも含み、前記金属短繊維は、繊維径を0.5～20 μ m、アスペクト比が、2～20の中から選択される2種以上のアスペクト比の金属短繊維を混在させている。



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】柱状の金属短繊維を少なくとも含む金属微細粉と、該金属微細粉に混合され最後には除去される結合材とを含む材料を射出成型することによって予備成型品を得る段階と、該予備成型品に含有された前記結合材を消失させるとともに前記金属微細粉を拡散接合によって結合する焼結段階とを少なくとも含み、前記金属短繊維は、繊維径を0.5～20 μ mとするとともに、アスペクト比が、2～20の中から選択される2種以上のアスペクト比の金属短繊維を混在させたことを特徴とする金属フィルター部材の製造方法。

【請求項2】前記金属短繊維は、全長にわたって同径かつその端部にはダレを有しない柱状をなすことを特徴とする請求項1記載の製造方法。

【請求項3】前記金属微細粉は、前記金属短繊維と、金属アトマイズド粉末とを混合させてなることを特徴とする請求項1又は2に記載の製造方法。

【請求項4】前記予備成型品は、前記射出成型機の金型内に前記材料を500kg/cm²以上の圧力で射出することによって得られることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、金属短繊維を含む金属微細粉の焼結体からなり、例えば高分子ポリマーなどの液体、排ガスなどの各種気体から不純物を効果的に除去するのに使用しうる金属フィルター部材を製造する金属フィルター部材の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】液体中の異物などの不純物を除去するために、フィルター部材をライン中に組み込み濾過する濾過技術は周知であり、例えば、繊維やフィルムを製造する際に使用される高分子ポリマーにおいて、溶融ポリマー中のゲルや不純粒子などの不純物を除いて糸切れや縞模様発生などの製品不良を防止するべく、フィルターを組込み、連続的に濾過する濾過方法が広く実施され、またこのとき、金属繊維、金属粉末などを焼結した焼結体がフィルターとして多用されている。

【0003】これは、金属フィルターが耐熱性、強度に優れる他、加工性、可撓性なども具えるためであり、この金属フィルター部材は、他の部材、例えばセラミック、合成樹脂などを用いたものにかわって今後その用途は拡大すると考えられる。特に、ステンレス鋼などの耐蝕性金属を用いた金属フィルター部材は、例えば鉬炉などで生じる排ガスの浄化用、その他の各種の供給ガスの浄化用などとしても使用できる。

【0004】本出願人はステンレス鋼を用いた濾過用の多孔体として、特公昭63-31521号公報において、金属短繊維とポリイミド粉末とを乾式で混合した後、金型内に充填しホットプレスで押圧して予備成型品

2

を成形し、さらに焼結することによって金属短繊維からなる多孔体を製造する製造方法を提案している。

【0005】なお他の製造方法としては、金属短繊維のみを金型内に充填しかつ加圧下において、バインダを用いることなく、直接焼結することも考えられる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】ところで、近年、フィルターの形状について、平板状の他、例えば、カップ型など種々な立体形状のものも望まれる。又フィルター部材としての基本特性として、精度、品質の向上のために濾孔の分布の均一化が望まれる。

【0007】しかしながら、前記した各方法においては、いずれも素材を金型内に充填した後、押圧するものであるため、押圧する際の原料粉末間、あるいは粉末と型内壁との間で作用する摩擦などによって、フィルター部材の厚さの中央部と表面部、又は押圧端と非押圧端とでは粉末の分布密度に差が生じ、分布が不均一となりやすい。

【0008】しかも、従来の製造方法は生産効率に劣る他、フィルター形状の制約もあり、例えば不純物の滞留などが問題となる前記ポリマー濾過においても滑らかな流れとなる希望の形状のものなどを生産しがたいという課題もある。

【0009】本発明は、前記課題を解決でき、形状の自由性を増す他、濾過精度、濾過効率にもすぐれた金属フィルター部材を効率良く製造しうる金属フィルター部材の製造方法の提供を目的としている。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明は、柱状の金属短繊維を少なくとも含む金属微細粉と、該金属微細粉に混合され最後には除去される結合材とを含む材料を射出成型することによって予備成型品を得る段階と、該予備成型品に含有された前記結合材を消失させるとともに前記金属微細粉を拡散接合によって結合する焼結段階とを少なくとも含み、前記金属短繊維は繊維径を0.5～20 μ mとするとともに、アスペクト比が、2～20の中から選択される2種以上のアスペクト比の金属短繊維を混在させたことを特徴とする金属フィルター部材の製造方法である。

【0011】又金属微細粉としては、必要に応じて金属アトマイズ粉末などと混合することもできる。

【0012】

【作用】金属短繊維を含む金属微細粉と、結合材とを用いた原料を射出成型した予備成型品を焼結することを基本としているため、前記金属短繊維は、立体空孔を形成するのに役立ち、微細な連続空孔を持つ金属フィルター部材を形成しうる。

【0013】しかも、射出成形により成形されるため、常に所定の圧力下において金型内へ充填され、全体に均一な圧力が作用し、金属微細粉の分布が均一化されるこ

とにより、分布のバラツキをなくし、濾孔を均一化しうる他、射出成形により成形するため、複雑な立体形状の製品を得ることもでき形状の自由度を増し、かつ生産性が向上する。

【0014】しかも本発明では、前記金属短繊維としてそのアスペクト比の異なる2種以上を混在させており、したがって流動に伴って同一方向に配向して空孔率が低下することを、アスペクト比が小の短繊維が介在することにより防止することができる。

【0015】

【実施例】以下本発明の一実施例を図面に基づき説明する。図1において、本発明の金属フィルター部材の製造方法は、金属短繊維2…を含む金属微細粉と結合材とを含む材料を射出成形した予備成形品を焼結した焼結体からなり、かつ一方の面4から他方の面5に連続する微細濾孔を形成した金属フィルター部材1をうることができる。

【0016】図1は、金属フィルター部材1が、有底筒形のカップ状に形成された場合を示している。

【0017】前記金属微細粉として、金属短繊維2のみを用いる場合の他、金属短繊維2に金属アトマイズド微細粉末のような金属粉体を混合した混合粉末とすることもできる。そのとき、金属アトマイズド微細粉末は粒子径 $50\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $20\mu\text{m}$ 以下、しかも見かけ密度の大な粉末が好ましく、さらに混合粉末としたときにおいて金属短繊維2の全重量に対する比率を10%以上とする。

【0018】このように混合粉末とすることによって、射出成形を容易とし、かつ金属アトマイズド微細粉末は濾孔の調整に寄与するとともに、予備成形品の形状維持性を高めることができる。

【0019】一方、金属短繊維2は、直径が $0.5\sim 20\mu\text{m}$ の範囲のものを用いる。なお好ましくは、 $0.5\mu\text{m}$ 以上かつ $10\mu\text{m}$ よりも小の金属短繊維2を用いる。かかる線径とすることにより、微細な濾過孔のフィルターが得られ、また空孔径分布を均一化しうる。繊維径が $20\mu\text{m}$ をこえると、孔径が大となりまた射出成型法を困難とする。

【0020】また金属短繊維2としては、前記繊維径、即ち直径に加え、所定のアスペクト比を備えており、このような金属短繊維は、所定繊維径の金属長繊維を、長さを調整しながら機械的あるいは化学的な方法で切断することによって得られる。化学的方法とは、ステンレス鋼繊維の結晶長さを調整し、その結晶粒界を化学的方法により選択的に腐食し短繊維を得る方法である。

【0021】又出願人は、繊維径 $0.5\sim 2\mu\text{m}$ のステンレス鋼からなる金属短繊維についてもその製造を可能としている。

【0022】なお金属短繊維2の前記直径とは、各金属短繊維の全長に亘って各位置、各向きで測定した直径の

平均値であって、各部短繊維の各位置、向きで測定した値は、平均値から30%程度の範囲で直径がバラツク程度の全長に亘り同径のものをいう。又同様に、金属短繊維2には直径が20%程度異なるものを含むことも許容する。

【0023】また、金属短繊維のアスペクト比は2~20の範囲にあり、しかも異なる2種以上を混在させた混在短繊維を使用している。この範囲の金属短繊維は、空孔径を立体的かつ均一化する働きがあるものの、本発明では射出成型法を採用していることから、アスペクト比の大きいもののみでは、同一方向に配向し、立体空孔の形成が困難となる。この為、これを防止する為に、アスペクト比の異なる2種以上の金属短繊維を混在させることにより改善している。

【0024】すなわちアスペクト比が2以下のもののみでは、粉末に近づき空孔率を小とし、また20以上のみの場合には分散が十分にに行いにくく、空孔特性の調整も困難となる。好ましくは前記範囲内で2種以上となるよう、例えば略同数にあるいは正規分布状に混在させてよく、成型条件などによって任意に設定される。

【0025】このようにアスペクト比を変化させる為の方法として、化学的方法で行う場合には、熱処理条件を変え結晶粒長さを変化させた2種以上の繊維を用いることができ、また1種の場合においても部分的な処理の違いにより長さの異なるものを得ることができる。

【0026】また金属短繊維2は、好ましくは、端部に、外向きに突出する鉤状の突出部、即ちダレを有しない例えば円柱状をなすものを用い、これによって、射出成形に際して、金属短繊維2…間の絡まりを減じ、分布を均一とし、濾孔径の揃った濾孔のフィルターを形成しうることとなる。

【0027】さらに金属短繊維2として、ステンレス鋼を用いるときには、耐蝕性の良いSUS316L、SUS317Lなどが好ましい。また濾過されるものが、例えば、HCl、HFのような腐食性のガスや液体であるときには、高耐食性のインコネル、モネル、ニッケル、さらにはハステロイC系、X系（三菱金属株式会社の登録商標）などを採用するのもよい。これらの金属の幾つかは、本出願人によって、金属短繊維化が可能であることが確かめられている。

【0028】化学的方法により得た金属短繊維2を焼結してなるフィルター部材の一例の顕微鏡拡大写真を図2に示しており、金属短繊維2は異なる長さを有していることがわかる。また金属短繊維の周囲面に僅かに凹む滑らかな凹部を設けることにより異物の捕獲の機会を増大している。

【0029】一方、結合材としては、射出成型時に金属微粉末の表面を被覆し、他の金属微粉末と結合することにより、予備成型品の形状を保持するような機能を有し、かつ例えば加熱などによって消失せしめるものが好

ましい。このような結合材として、金属粉末の一般的なバインダーとして用いる各種樹脂材料、例えばポリイミド樹脂、ポリプロピレン樹脂、ポリエチレン樹脂、ナイロンなどの他、これらにパラフィン、ワックスなどを混合した混合品も使用しうる。なお金属粉末と結合料との混合割合としては、例えば3:7~7:3程度の容量比範囲内とする。

【0030】また液溶性であるPVA（ポリビニールアルコール）、液状のりなどのデンプン質のものをも全部又は一部に採用しうる。

【0031】これら結合材と、前記金属微細粉は、射出成型に先立ち、所定濃度で混合され混練することができ、このような前処理によって、金属微粉末の表面を結合材で被包し、流動性、分散性を高めうる。そして該射出成型によって、所定形状を持つ予備成型品が得られ、結合材によりその形状を維持することができる。

【0032】なお射出条件としては（ノズル左）圧力500kg/cm²以上、好ましくは1000kg/cm²以上とし、高くても2000kg/cm²以下とする。これを越える場合には、金属短繊維の分布が好ましくなく、また低過ぎる場合には十分に充填できない。

【0033】また本発明において射出成型とは、比較的高い圧力で型内に注入し成形しうる成形方法であって、いわゆる公知の金属粉末射出成型機その他、押出機、スリップキャスト成型機なども含み、かつ加熱の有無は問わない。

【0034】次にこのような予備成型品は、例えば、予備加熱処理（例えば100~500℃）により、結合材をガス化して消失させ、該結合材や金属短繊維の間隙間の部分に、実質的な空孔、即ち濾孔を形成した成型品をうる。成型品は、その濾孔が一方の面から、他方の面にまで連続し、かつ複雑に形成された多孔体となる。また、結合材が各種溶媒（デンプン質では水など）に溶解するときには、その溶媒によって、少なくとも部分的に予め除去するのもよい。

【0035】結合材を消失した後、焼結処理によって一連の処理が完了し、またその間に脱炭や還元などの付加処理は必要に応じて行われ、その結果、焼結品からなるフィルター部材1が生産される。焼結による拡散接合によって金属微細粉は少なくとも接触部、接近部間が結合する。なおこの場合、焼結品には若干の収縮が生じるため、予め収縮を見込んだ寸法の金型を使用することが好ましい。

【0036】また焼結は、例えば真空炉や不活性ガス雰囲気炉、水素炉中などで行われ、材質などにより、例えば加熱温度900~1500℃、5分~6時間程度の範囲で適宜設定される。

【0037】得られたフィルター部材は、比較的大きいアスペクトの短繊維と、小さい短繊維とが混在し、立体状とした空孔形状を作ることができる。このため空孔徑

は微細で空孔率も高く、またアスペクト比の大的金属短繊維は、射出圧力によっては射出方向に平行状態となりやすいことから、それらを調整することにより各種液体用、気体用をはじめとして、例えば、金属短繊維表面で吸着により濾過する精密ガス用としても可能となり、この場合には、ガス流と直交させる方向に金属短繊維を配向させ、表面積向上を図るのもよい。

【0038】

【実施例1】繊維径6μmで図3に示す平均アスペクト比8の316Lステンレス鋼からなる金属短繊維を金属微細粉とし、これに樹脂微粉末を含む結合材を容量比1:1で混合、混練し金属微細粉表面を覆い、これを180℃に加熱した射出成型機に供給するとともに、予め準備した金型内に圧力1140kg/cm²射出して予備成型品を得た。

【0039】この成型品を250℃に加熱して前記結合材をガス化して消失させた後、1100℃×1時間、真空雰囲気中で焼結した。この結果、図1に示したような外形30mm、内径25mm、高さ40mmのカップ状のフィルター部材を得ることができた。

【0040】えられたフィルター部材は、表面美しく連続空孔が形成されており、平均空孔径3.5μmと、平均空孔率39%の特性を備えたものであった。この顕微鏡写真を100倍に拡大したものを図4に示しており、同図から明らかなように、フィルター内部には微細で立体的な空孔が均一に形成されていることが理解できる。

【0041】

【実施例2】径8μm、平均アスペクト比6のステンレス鋼を用いた金属短繊維と、ポリエチレン樹脂とパラフィンからなるバインダーとを容量比2:1で混合し、混練した原料を射出成型機に供給して長さ200mmの円筒形の予備成型品をえた。この時の射出圧力はノズル圧で1050kg/cm²あった。

【0042】次に、加熱してバインダーを除去するとともに、さらに1050℃に昇温して40分間維持した。その結果、外径25mm、内径20mmの一体化した筒状の長尺フィルター部材を得ることができた。

【0043】つぎに、得られたフィルターの均一性を評価するため長さ40mm毎に切断した計5本のサンプル（A1~A5）を作った。そして各々の濾過特性を測定した結果を表1に示す。

【0044】

【実施例3】繊維径20μmのステンレス鋼繊維を機械的方法により長さ0.4mmと0.2m/mに切断して得た2種類の金属短繊維を用い（割合3:1）、実施例2と同様に結合材と混合、混練し、射出成型法により厚さ2mmとシートを得た。なおこの時の射出圧は1100kg/cm²とであり、しかも短繊維のアスペクト比も大きいものであったことから、その断面は金属短繊維に方

向性が見られながらも、短い金属短繊維と混在したものであった。

【0045】

【比較例—1】実施例—2と同等のステンレス鋼短繊維を円筒形型内に充填し、上法より圧力2000kg/cm²押圧するプレス法により予備成形品を製作した。焼結し*

*た後、長さ40mmごとに切断した5本のサンプル(B1~B5)について、前記と同様の特性のバラツキを測定した。その結果を、表1にまとめて示す。

【0046】

【表1】

サンプル		A 1	A 2	A 3	A 4	A 5	平均
実施例	空孔径 (μ)	5.30	4.95	5.50	1.05	5.70	5.5
	空孔率 (%)	43.0	49.5	45.0	40.5	47.0	45
	圧損 (mmH ₂ O)	180	187	170	153	160	170
サンプル		B 1	B 2	B 3	B 4	B 5	平均
比較例	空孔径 (μ m)	3.0	3.2	4.1	4.7	5.0	4
	空孔率 (%)	40	35	33	28	24	32
	圧損 (mmH ₂ O)	315	275	255	220	185	250

圧損は空気1ℓ/分によって測定

【0047】

【発明の効果】以上詳述したように本発明の製造方法は、アスペクト比の異なる金属短繊維を含む金属微細粉と結合材とを用いてフィルター部材を、射出成型によって効率よく製造でき、かつフィルター部材は均一性にすぐれ、しかも大量生産が可能となる他、空孔分布の偏りを減じ、かつ、フィルター形状の自由度を増す。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の金属フィルター部材の製造方法により

得られたフィルター部材の一例を示す断面図である。

【図2】金属短繊維を例示する顕微鏡拡大写真である。

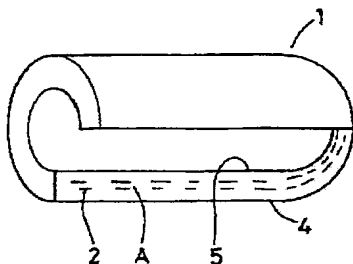
【図3】実験に使用した短繊維のアスペクト比分布を示す。

【図4】図1のA部の拡大顕微鏡写真である。

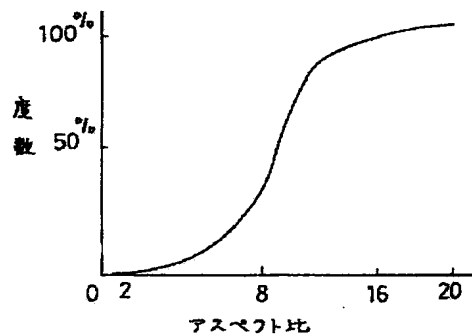
【符号の説明】

- 1 ガス用のフィルター部材
- 2 金属短繊維
- 6 平行層

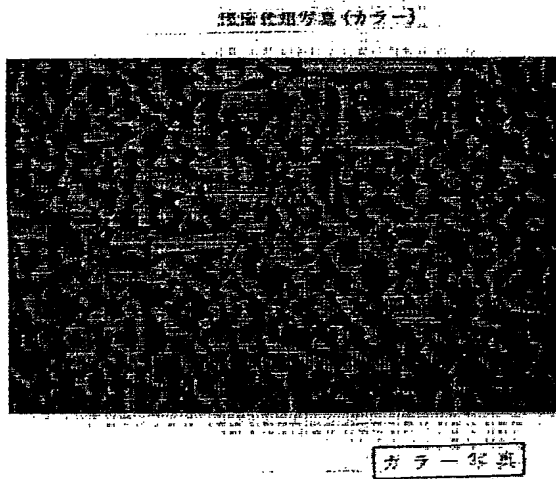
【図1】



【図3】



【図2】



【図4】

